

JP 61020311

1/9/1

DIALOG(R)File 347:JAPIO

(c) 2004 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

01806211 **Image available**

FABRICATION OF AMORPHOUS SOFT MAGNETIC FILM

PUB. NO.: 61-020311 [JP 61020311 A]

PUBLISHED: January 29, 1986 (19860129)

INVENTOR(s): TAGO AKIO

NISHIMURA TSUTOMU

TOSHIMA TOMOYUKI

APPLICANT(s): NIPPON TELEGR & TELEPH CORP <NTT> [000422] (A Japanese Company or Corporation), JP (Japan)

APPL. NO.: 59-140670 [JP 84140670]

FILED: July 09, 1984 (19840709)

INTL CLASS: [4] H01F-041/18; C22C-019/07; C23C-014/34; H01F-010/16

JAPIO CLASS: 42.1 (ELECTRONICS -- Electronic Components); 12.2 (METALS -- Metallurgy & Heat Treating); 12.3 (METALS -- Alloys); 12.6 (METALS -- Surface Treatment); 41.4 (MATERIALS -- Magnetic Materials); 42.5 (ELECTRONICS -- Equipment)

JAPIO KEYWORD: R135 (METALS -- Amorphous Metals)

JOURNAL: Section: E, Section No. 411, Vol. 10, No. 168, Pg. 151, June 14, 1986 (19860614)

ABSTRACT

PURPOSE: To make magnetostriction almost zero by increasing a saturated magnetic flux density and a permialibity by fabricating a Cp-Zr-Re triple alloy amorphous soft magnetic film in which the Re content is limited by an ion beam sputtering method.

CONSTITUTION: The titled film is fabricated by ion beam sputtering method using Co-Zr-Re triple alloy including Re of 4atm% or less. Ar ion beams 6 generated by the ion gun 1 of an ion beam sputtering device are accelerated by a grid 2 and are projected to a target 3 which is arranged in a vacuum tank 7 at the predetermined angle. The target particles sputtered there are deposited on the substrate 4 which is supported by a substrate holder 5, resulting in the vapor deposition by sputtering. Then it becomes possible to obtain the film of good characteristics which has higher specific resistance, saturated magnetic flux density and permeability compared with a Co-Zr-Re amorphous alloy film formed by RF sputtering, and further in which a magnetostriction is almost zero.

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-20311

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)1月29日

H 01 F 41/18
C 22 C 19/07
C 23 C 14/34
H 01 F 10/16

7354-5E
7518-4K
7537-4K
7354-5E

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 アモルファス軟磁性膜の作製方法

⑯ 特 願 昭59-140670

⑰ 出 願 昭59(1984)7月9日

特許法第30条第1項適用 昭和59年3月5日 社団法人電子通信学会発行の「昭和59年度電子通信学会総合全国大会講演論文集」に発表

⑱ 発 明 者 田 子 章 男 武蔵野市緑町3丁目9番11号 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所内

⑱ 発 明 者 西 村 力 武蔵野市緑町3丁目9番11号 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所内

⑱ 発 明 者 戸 島 知之 武蔵野市緑町3丁目9番11号 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所内

⑲ 出 願 人 日本電信電話株式会社 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号

⑳ 代 理 人 弁理士 山川 政樹 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

アモルファス軟磁性膜の作製方法

2. 特許請求の範囲

(1) イオン源より生成されるイオンビームをターゲットに照射し、そのターゲットからスパッタした物質を基板にスパッタ蒸着させるイオンビームスパッタ法を用いて、4 at %以下のReを含むCo-Zr-Re三元合金アモルファス軟磁性膜を作製することを特徴とするアモルファス軟磁性膜の作製方法。

(2) イオン源よりのイオンビームをターゲットへ入射する方向に対し、アモルファス合金膜成膜面が前記ターゲットで反射するイオンビームの影響を直接受けないように基板を傾斜させた状態で成膜することを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のアモルファス軟磁性膜の作製方法。

(3) 基板を液体窒素などの液化気体で冷却しながら成膜することを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のアモルファス軟磁性膜の作製方法。

3. 発明の詳細な説明

〔発明の技術分野〕

本発明は、アモルファス軟磁性膜に関し、特に薄膜磁気ヘッド用として適した高飽和磁束密度、高透磁率でさらに磁歪の零または小さいすぐれた磁気特性を持つCo(コバルト)-Zr(ジルコニウム)-Re(レニウム)三元アモルファス合金軟磁性膜の作製方法に関するものである。

〔従来技術〕

Co-Zrの二元アモルファス合金軟磁性膜は、高飽和磁束密度、低保磁力、高周波での高透磁率などのすぐれた磁気特性を持ち、高記録密度、高速化をめざす磁気記憶装置用薄膜ヘッドの磁性材料として研究されている。しかし、磁歪が大きい場合には磁性膜上に順次積層される絶縁膜等から応力を受けて磁性膜の磁気特性が変化し、ひいては薄膜磁気ヘッドの電磁変換特性の安定性が低下するという欠点があつた。

一方、Co-Zrアモルファス合金では、プラスの磁歪を持つため、これにマイナスの磁歪を持つ

Nb (ニオブ), Ta (タンタル) などの第3アモルファス化元素を添加することにより、磁歪を零または小さくする方法が研究されている。この場合、代表的な組成としてはZr 5 at%, Nb 8 at% が使用されているが、飽和磁束密度 B_s が低下するという欠点を持っていた。また、膜の作製方法としては主にプラズマによるRFスパッタ法が用いられているため、Co-Zrの場合Zrを8 at%以上添加しないと安定したアモルファス相とならず、高飽和磁束密度化には限度があり、また成膜の際の基板温度の上昇が原因と見られる膜質の劣化により高透磁率化にも限界があるという欠点があった。

〔発明の概要〕

本発明はこのような事情に鑑みてなされたもので、その目的はさらに高い飽和磁束密度 (B_s) および高透磁率 (μ) を有し、さらに磁歪をほぼ零としたCo-Zr-Reアモルファス軟磁性膜を作製する方法を提供することにある。

このような目的を達成するために、本発明は、

4 at%以下のReを含むCo-Zr-Re三元合金アモルファス軟磁性膜をイオンビームスパッタ法で作製することを特徴とするものである。以下、本発明の実施例を図面に基いて詳細に説明する。

〔実施例〕

第1図は本発明方法を実施するためのイオンビームスパッタ装置の概略構成図である。同図において、1はイオン源となるイオンガンで、ここで生成されたArイオンビームはグリッド2で加速され、試料室としての真空槽7内に所定の角度で配置されたターゲット3に照射される。このとき、ターゲット3は成膜すべきCo合金からなり、そのターゲット3の表面に加速されたArイオンビームが照射されることにより、ここでスパッタされたターゲット粒子が基板ホルダ5で支持された基板4に堆積してスパッタ蒸着される。したがって、イオンビームを用いたスパッタ法は、プラズマ発生領域であるイオン源1と基板4を配置する試料室とが隔離され、基板4の温度上昇が避けられるため、後述するように、軟磁性膜としての

Co-Zr-Re三元系合金膜の作成に際しすぐれていることが本発明者らによつて確認された。なお、通常のRFスパッタ法では基板がプラズマ中にさらされ、200℃前後の温度上昇になることが確められている。

第2図は本発明の方法と従来の方法によるCo-Zr合金膜の比抵抗のZr成分比依存性を示す図であり、曲線b1は第1図に示す装置を用いてイオンビームスパッタ法で成膜した厚さ1.5～2 μm のCo-Zr合金膜の比抵抗 ρ を4端子法で測定した結果を示す。ここで、成膜条件は、加速電圧1 kV、ターゲットに流れるビーム電流密度0.4 mA/cm^2 、Ar圧力 1×10^{-4} Torrである。基板にはコーニング社製マイクロシートガラスを用いた。これに対し、曲線a1はRFスパッタ法による場合を示し、成膜条件は、電力密度4.2 W/cm^2 、Ar圧力 8×10^{-3} Torrである。

第2図から明らかなように、同一Zr成分比では常にイオンビームスパッタ法による膜の比抵抗が高く、特に高周波領域における透磁率の高電流

損失を小さくでき、有利であることがわかる。また、比抵抗 ρ はアモルファス化の指標となり、比抵抗 ρ が急激に増加する約80 $\mu\Omega\text{-cm}$ 以上の比抵抗をもつCo-Zr合金膜はアモルファス化していることがX線回折、熱処理後の軟磁気特性の有無などから確かめられている。そこで、同一の比抵抗 ρ をもつ膜は、常にイオンビームスパッタ法による膜の方がRFスパッタ法による膜よりも少ないZr成分比でアモルファス化することが第2図からわかる。

一方、飽和磁束密度 B_s はCo-Zr合金膜の場合、Zr 1 at%の増加に対し600 Gsずつ低下することが確かめられており、少ないZrでアモルファス化するイオンビームスパッタ法によるCo-Zr合金膜の飽和磁束密度 B_s はRFスパッタ法による膜より常に大きいことが確かめられた。

ところで、Co-Zrアモルファス合金膜は作製法によらず正の磁歪を持ち、Zrの5～8 at%の領域で $+2 \sim 6 \times 10^{-6}$ を示す。この磁歪を零

ならしめるため、マイナスの磁歪を持つアモルファス化金属である8 at %以上のNb, または6 at %以上のTaなどを添加して磁歪を零とすることが行われている。ところが、Reはアモルファス化金属ではないにも拘わらず少量の添加で磁歪を変化させる働きのあることが本発明者らによつて明らかになった。第3図に示すように、10 at % Zr 以下のCo-Zrアモルファス合金にReを加えていくと、4 at %以下で磁歪の零の点が存在する。このようなReの磁歪への効果に関してはじめて明らかにされたものである。なお、第3図中、曲線IはZrが6 at %の場合を示し、曲線II及びIIIはZrが8, 10 at %の場合をそれぞれ示している。

第 1 表

| 第3添加元素 | 磁歪を零にする添加量 (at %) | 第3添加元素の1 at %の増加で減少する飽和磁束密度Bs (Gs) | Zr 6 at %を含む磁歪零の三元合金の飽和磁束密度 (KGS) |
|--------|-------------------|------------------------------------|-----------------------------------|
| Re | 3 | 560 | 12.7 |
| Nb | 8 | 400 | 11.2 |
| Ta | 6 | 750 | 9.9 |

には全く寄与せず、したがって、Co-Zr二元系合金でアモルファス化させる必要があるので、Zr 5 at %以上でアモルファス化するイオンビームスパッタ法により作成した膜は、Zr 8 at %以上ではじめて完全にアモルファス化するRFスパッタ法により作成した膜よりも少ないZr量で常に高い飽和磁束密度Bsを持つということができる。

第5図は上述のイオンビームスパッタ法により成膜しアモルファス化したCo-Zr-Re三元系合金膜の比抵抗とアモルファス化していない膜の比抵抗の比較図であり、Re添加により同じ飽和磁束密度Bsの膜でも高い比抵抗が得られることを示す。曲線b1は第2図のイオンビームスパッタ法で作成した膜の比抵抗曲線を再び載せたものである。曲線b2は5 at %以上のZrを含むRe添加三元アモルファス合金の比抵抗を示す。ここで、1 at %添加することにより低下する飽和磁束密度BsはZrで600Gs, Reで560Gsであり、ほぼ等しいため横軸は等飽和磁束密度Bsの尺度と見ることができる。したがって、Reを添加した

第1表にはこれらの添加元素をCo-6 at % Zr合金に加えることにより磁歪を零ならしめる添加元素の量とその時の飽和磁束密度Bsを示す。いずれの場合もイオンビームスパッタ法により1.5 ~ 2 μ mの厚さで成膜したものについて測定した。この図から明らかなようにReを第3元素として含む三元系アモルファス合金薄膜が少ない添加量により磁歪を零とすることができるため、他のNb, Taの場合よりも高い飽和磁束密度を確保することができる。

第4図は上述のイオンビームスパッタ法により1.5 ~ 2 μ mに成膜したCo-Zr-Re三元系合金膜の磁歪が零を示す曲線(実線X)とVSM (Vibrating Sample Magnetometer)により測定した飽和磁束密度の等しい成分を結んだ曲線(破線)とを各元素成分の一部について示すものである。この図からCo-Zr-Re三元系合金のアモルファス状態で磁歪定数が零で、しかも飽和磁束密度Bsが13 KGS以上の膜の得られることがわかる。また、この図からReはアモルファス化

場合、添加しない場合よりも同じ飽和磁束密度Bsでは高い比抵抗を得ることができ、高周波領域での良好な透磁率を期待できる。一方、Zrが5 at %未満の場合比抵抗は曲線b3で示すようにReを添加しても曲線b1を上まわらない。したがって、イオンビームスパッタにより軟磁性膜としてCo-Zr-Re三元系アモルファス合金を成膜することにより、磁歪が零で、高飽和磁束密度、高比抵抗の膜が得られる。

第6図はZrが6 at %, Re 3 at %を含むCo合金アモルファス膜をイオンビームスパッタで成膜した場合と、Zrが8 at %, Re 3 at %を含むCo合金アモルファス膜をRFスパッタで成膜した場合とにおいてその透磁率の周波数特性を示す図である。ここで、厚さは共に1.5 μ mであり、イオンビームスパッタは加速電圧1KV, ターゲットのビーム電流密度0.4 mA/cm², Ar圧力1 $\times 10^{-4}$ Torrの条件で、RFスパッタは電力密度4.2 W/cm², Ar圧力8 $\times 10^{-8}$ Torrの条件でそれぞれマイクロシートガラス上に成膜した。さらに、

窒素気流中、500Gsの回転磁場中で250℃1時間の熱処理をした。透磁率の測定には8の字コイル法(P.A. Calcagno and D.A. Thompson, Rev. Sci. Instrum., vol. 46-7, P904(1975))を用い、0.2~50MHzの周波数領域で測定した。この図でa1はRFスパッタ膜の場合を、b1はイオンビームスパッタ膜の場合をそれぞれ示す。同図から明らかなようにイオンビームスパッタ膜(曲線b1)は、高周波領域でも高透磁率を維持しており、この膜を磁気ヘッドに用いた場合、信号読出し時に高磁束量が得られ出力信号を高くとることができる。

以上説明したように、Co-Zr-Re三元系アモルファス合金膜をRFスパッタで成膜するよりもイオンビームスパッタで成膜した時の方がはるかに高い飽和磁束密度、高透磁率で、しかも磁歪率、高比抵抗の膜が得られることがわかる。また、以下の説明はCo-Zrアモルファス合金膜に関する実施例であるが、上述のようにReを添加してもアモルファス化には全く寄与しないため、アモル

ファス化に伴う諸現象はCo-Zr-Re三元系アモルファス合金膜についてもあてはまると考えられる。

第7図は、第1図に示すイオンビームスパッタ装置を用い、加速電圧1KV、ターゲットのビーム電流密度 0.4 mA/cm^2 、Ar圧力 $1 \times 10^{-4} \text{ Torr}$ の条件で形成したCo-6at%Zrアモルファス膜の比抵抗曲線であり、横軸には基板傾斜角をとつてある。このとき、基板傾斜角 θ は、第8図に示すように、イオンガン1より生成されるイオンビーム8に対しターゲット3の入射角度を 45° とした場合、ターゲット3より離間して支持される基板4がイオンビーム8のターゲット3へ入射する方向と一致する角度を基(0°)にして、実線のよう傾斜する角度を負(-)とし、逆の方向に傾斜する角度を正(+)としたものである。したがって、基板4を角度 θ だけ傾けて成膜するとき、Arイオンビーム8がターゲット3で反射して直接基板4に当たるか否かで膜質に大きな影響を与えることが判明した。すなわち、第7図は、上述

の膜厚 $1.5 \sim 2 \mu\text{m}$ のCo-6at%Zrアモルファス膜について比抵抗と基板傾斜角の関係を調べた実験結果であり、その傾斜角 θ が $-20^\circ \sim -35^\circ$ で最も比抵抗が高くなり、高周波領域の透磁率が増加する可能性が大きいことがわかる。

第9図は本発明方法を実施するためのイオンビームスパッタ装置の変形例を示す概略構成図であり、第1図と同一符号は同等部分を示す。第1図と異なる点は、基板ホルダを兼ねた液化気体容器8に液化気体として例えば液体窒素8を収容していることである。すなわち、上述した実施例では通常の基板水冷形のイオンビームスパッタ装置を用いていたのに対し、本実施例では液体窒素8で基板4を冷却しながら成膜を行うものである。この場合、真空槽7の容積は100ℓとし、液化気体容器8は5ℓとした。

第9図に示す構成においてターゲット3の組成を変え作製したCo-Zr合金膜の比抵抗の組成依存性を第10図に示す。ここでスパッタ条件は上述のものと同じである。

第10図において曲線b2が液体窒素冷却によるイオンビームスパッタ法で成膜した場合の比抵抗の組成依存性を示す。これに対し、曲線a1およびb1は第2図と同様にそれぞれRFスパッタ法および水冷によるイオンビームスパッタ法で成膜した場合の依存性を示す。第10図から、同じイオンビームスパッタ法でも水冷の場合と液体窒素の場合とで特にアモルファス化する領域で比抵抗曲線は著しく異なり、前者の方が後者に比較して比抵抗が $30 \mu\Omega\text{-cm}$ 以上高く、かつアモルファス化を示す急激な比抵抗の増加のはじまるZr成分比が低域側にずれていることがわかる。この場合、基板ホルダ表面の温度を熱電対で測定したところ通常の基板水冷形では約40℃であつたのに対し、本実施例による方法では120℃前後でほぼスパッタ中一定であつた。すなわち、基板温度を低く抑えることにより結晶化が抑制されるため、より少ないZr成分比でアモルファス化するものと考えられる。より少ないZr成分比でアモルファス化するということは、その分高い飽和磁

束密度を有することになり、薄膜ヘッド用磁性材料として信号書き込み時に高い磁場を発生させることができるため、高記録密度用の高保磁力媒体にも十分対応できる。なお、RFスパッタの場合には、前述したように基板自体がプラズマにさらされるため、基板温度の上昇が避けられず通常の下では約200℃となる。したがって、RFスパッタで基板を冷却しても十分な冷却効果が得られず、結晶化が促進されてアモルファス化に必要なZr量が増え飽和磁束密度が低下する。

〔発明の効果〕

以上説明したように、本発明によれば、イオンビームスパッタ法を用いることにより、従来のRFスパッタ法により成膜したCo-Zr-Reアモルファス合金膜に比較して高い比抵抗、高飽和磁束密度、高透磁率で、しかも磁歪がほぼ零のすぐれた諸特性の膜を得ることができる。これにより、本発明によるCo-Zr-Reアモルファス合金膜を薄膜磁気ヘッド用磁性材料の軟磁性膜として用いた場合、今後の磁気ディスク装置の高記録密度化、

高速化に対応したすぐれた記録再生特性が得られる効果がある。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明方法を実施するためのイオンビームスパッタ装置の概略構成図、第2図は本発明の方法と従来の方法によるCo-Zr合金膜の比抵抗のZr成分比依存性を示す図、第3図は本発明による磁歪定数に対するRe添加効果を示す図、第4図はCo-Zr-Re三元系成分と磁歪率及び飽和磁束密度 B_s の関係を示す図、第5図はイオンビームスパッタにより成膜しアモルファス化したCo-Zr-Re三元系合金膜の比抵抗とアモルファス化していない合金膜の比抵抗の比較図、第6図は、イオンビームスパッタとRFスパッタで成膜したCo-Zr-Reアモルファス膜の透磁率の周波数特性を示す図、第7図はCo-Zr合金膜の基板傾斜角依存性を示す図、第8図は第7図における基板傾斜角の説明図、第9図は本発明方法を実施するためのイオンビームスパッタ装置の変形例を示す概略構成図、第10図はCo-Zr合金膜の比抵

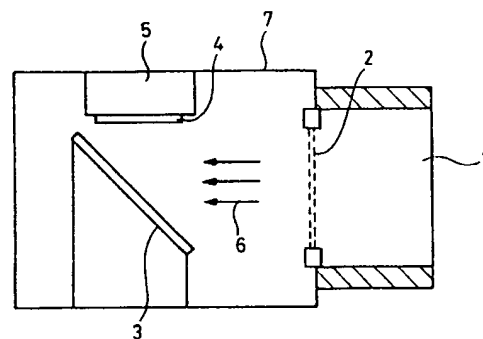
抗のZr成分比依存性を示す図である。

1・・・・イオンガン、2・・・・グリッド、
3・・・・ターゲット、4・・・・基板、5・・・・
基板ホルダ、6・・・・イオンビーム、7・・・・
真空槽（試料室）、8・・・・液化気体容器、9・・・・液体窒素。

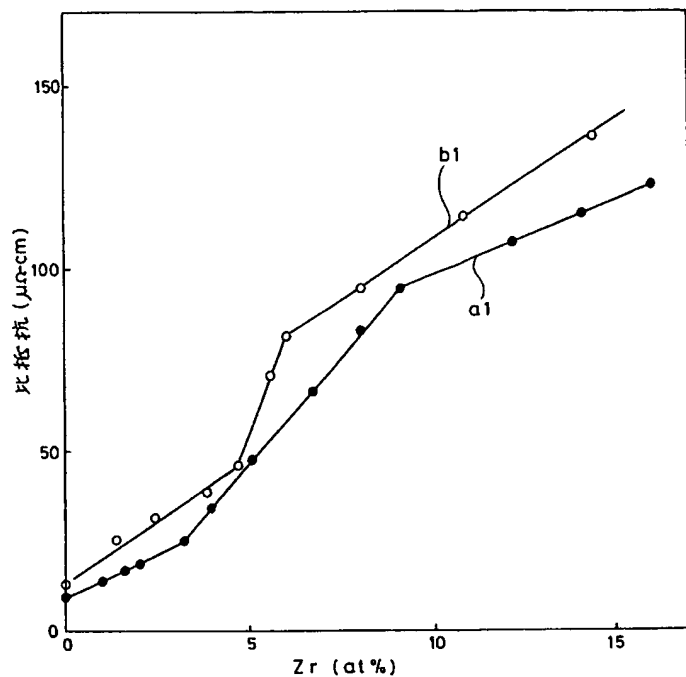
特許出願人 日本電信電話公社

代理人 山川政樹（ほか1名）

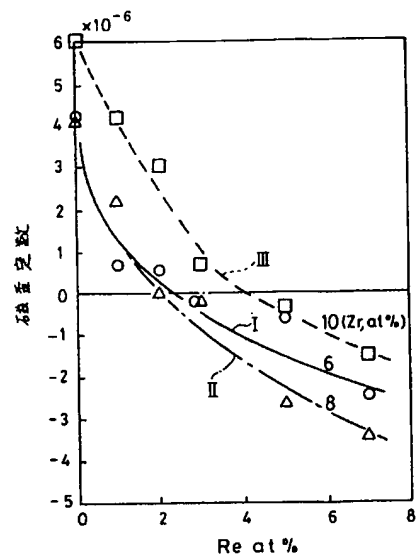
第 1 図



第 2 図



第 3 図



第 5 図

第 4 図

